

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 57-095889

(43)Date of publication of application : 14.06.1982

(51)Int.Cl.

C30B 11/00

(21)Application number : 55-173448

(71)Applicant : NATL INST FOR RES IN INORG
MATER

(22)Date of filing : 09.12.1980

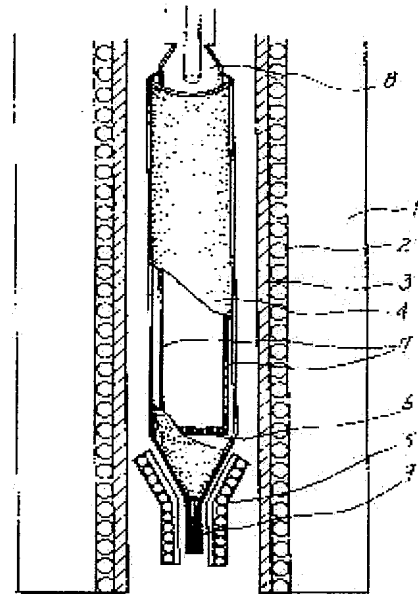
(72)Inventor : SHINDO ISAMU

(54) CRYSTAL GROWING DEVICE

(57)Abstract:

PURPOSE: To grow a single crystal of good quality and large size with good efficiency by providing a movable mesh-like heater in the crystal raw material in a crucible in a Bridgeman's method.

CONSTITUTION: A seed crystal 9 of intended composition is placed in the lowermost part of a cylindrical crucible 4, and powder of composition making equil. coexistence with the crystal of the intended composition is put thereon, thence a mesh-like heater 6 is set and the powder mixed to the intended composition is placed thereon. A mesh-like material made by opening a large number of small holes of an arbitrary shape to a plate-like object or a heater made by weaving heater wires is used for the heater 6. The crucible 4 is set in the prescribed position in an electric furnace 1 and an electric power source is turned on to heat the crucible 4 to prescribed temps. and maintain it at these temps. When the heat in the upper and lower part of the crucible is made uniform, electric current is flowed to the heater 6 and an auxiliary heater 5 to make the part from near the heater 6 to the upper part of the seed crystal 9 higher by about 50° C than the prescribed temps. and to maintain this part at these temps. for about 30min, after which the temp. of the heater 6 is raised gradually to melt the crystal raw material from the upper part, whereby the crystal is deposited from the lower part thereof.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—95889

⑤ Int. Cl.³
C 30 B 11/00

識別記号

庁内整理番号
6703—4G

⑬ 公開 昭和57年(1982)6月14日

発明の数 2
審査請求 有

(全 3 頁)

⑭ 結晶育成装置

⑯ 発明者 進藤 勇

茨城県新治郡桜村竹園 3 丁目 10
6—405

⑰ 特 願 昭55—173448

⑱ 出 願 昭55(1980)12月 9 日

⑲ 出 願 人 科学技術庁無機材質研究所長

明 細 書

1. 発明の名称 結晶育成装置

2. 特許請求の範囲

1. 電気炉中に筒状のルツボを設け、該ルツボ中に種子結晶および結晶原料を充填し電気炉中を移動させて、結晶原料を溶解、次いで固化させて単結晶を育成する装置において、ルツボの結晶原料中に移動可能な網目状ヒーターを設けたことを特徴とする結晶育成装置。
2. ヒーターを外部から振動可能にした特許請求の範囲第1項記載の結晶育成装置。
3. 電気炉中に筒状のルツボを設け、該ルツボ中に種子結晶および結晶原料を充填し電気炉中を移動させて、結晶原料を溶解、次いで固化させて単結晶を育成する装置において、ルツボの結晶原料中に移動可能にした網目状のヒーターを設けると共に、ルツボの最下部に予熱用補助ヒーターを設けたことを特徴とする結晶育成装置。

3. 発明の詳細な説明

(1)

本発明は結晶育成装置に関する。更に詳しくは電気炉中に筒状のルツボを設け、該ルツボ中に種子結晶および結晶原料を充填し電気炉中を移動させて、結晶原料を溶解、次いで固化させて単結晶を育成する装置、いわゆるブリッジマン法による単結晶を育成する装置の改良に関する。

ブリッジマン法による単結晶育成法は、1)、温度制御が容易であること。2)、操作が簡単であること。3)、大型結晶が得易いこと。4)、装置が比較的安価であること等の利点があることにより、例えば Mn・Zn・フェライトの合成のように多くの大型単結晶育成に利用されている。しかし、この方法の有する基本的な欠点として、均質組成の固溶体単結晶育成が困難であることである。

例えば、第1図に示す概念的な完全固溶系の A—B 二成分系によつて説明すると、目的とする組成 P の結晶を得ようとするためには、結晶の析出が常に組成 Q の溶解液から継続して行われることが必要である。即ち一般にトラベリングソルベント法と呼ばれている単結晶育成法を適用する必要

(2)

があり、かつこの時形成される融帯の幅は狭ければ狭い程好ましい。ところが従来のブリッジマン法による単結晶の育成装置は、ルツボの外部から加熱を行い、かつ、ルツボ材として白金、黒鉛等の熱良導体を使用せざるを得ない場合が多いため、融帯の幅が大きくなり、かつ、この幅を一定に保持することが困難である。従つて育成された結晶のうち、初期生成部と終期生成部の組成が、目的とする組成より大幅に変化してしまい、しかもこの目的物組成よりずれた組成の部分の全体に占める割合が大きく、この傾向は結晶径が大きくなる程助長されて、高品質かつ均質組成の固溶体単結晶育成において大きな欠点となつてゐる。

一方、融帯の幅を狭くするために、電気炉の温度勾配を強くつけると、育成された結晶が急激な温度勾配の下で長時間さらされるので、熱歪を受けて割れを生ずる欠点がある。

本発明はこれらの欠点をなくし、良質で、かつ大型の均質組成の固溶体単結晶を容易に育成可能な装置を提供するにある。

(3)

ればよい。ルツボの先端は細くくびれて先端部に種子結晶 γ を置くことができるように設計されていることが望ましい。その形状は円筒状であることが均熱性等の見地から最も望ましいが、他の形状、例えば四角状、あるいは六角状等のものであつてもよい。網目状ヒーター ϵ は炭ヒーターの近傍の結晶原料の温度を所定の温度に上昇させると共に溶融液を通過させる作用をするものであり、例えば板状物に円形等の任意形状の多数の小孔を開けた網目状物、あるいはヒーター線を編んだ物などが使用される。

前述のようにセットされたルツボ δ を電気炉 ι の所定の位置に保持し、電気炉 ι の電源を入れて温度を上昇させ、ルツボ δ の温度が第 ι 図の温度 T_2 より約 50°C 程度低い温度で一定に保持する。この時ルツボ δ の上下がなるべく均熱となるようにする。次にルツボ δ の下部に設けられた補助ヒーター ζ と、網目状ヒーター ϵ のリード線 η から電流を流して網目状ヒーター ϵ の近傍から種子結晶 γ の上部にかけての温度を $T_2 + \alpha$ (ただし、

(5)

本発明の結晶育成装置を図面によつて説明する。

第 ι 図は本発明の結晶育成装置の縦断面図である。図において、 ι は電気炉、 κ は炉のヒーター、 λ は炉心管、 μ はルツボ、 ν は補助ヒーター、 ϵ は網目状ヒーター、 η は網目状ヒーターのリード線、 θ は結晶原料導入管、 γ は種子結晶をそれぞれ示す。

まず、ルツボ δ の最下部の細い部分に目的組成の種子結晶 γ を置き、その上に目的組成の結晶と平衡共存する組成、例えば第 ι 図に示すような場合において、目的組成を P とした時、これと平衡共存する組成 Q の粉末を入れ、次いで網目状ヒーター ϵ をセットし、この上に目的組成に割合された粉末、もしくはこれを焼結して棒状としたものを置く。このようにしたルツボ δ を電気炉 ι の所定の位置にセットする。電気炉 ι は所定の温度が得られるものであればよく、例えば第 ι 図の P 組成の単結晶の場合には、少くとも温度 T_1 が安定に得られるものであればよい。

ルツボとしては、白金、黒鉛等が使用され、目的組成物質との反応性、経済性を考慮して決定す

(4)

$\alpha \leq 30^\circ\text{C}$) となるようにして約30分間保持し、系が定常になつたら網目状ヒーター ϵ を徐々に上昇させる。このようにすると、網目状ヒーター ϵ を境に上部から結晶原料が溶融し、その下部から結晶が析出する。

網目状ヒーター ϵ がルツボ上部まで上昇し、凡ての結晶原料を溶融したら、徐々に温度を下けると同時に網目状ヒーター ϵ をはずし、電気炉 ι の温度を徐々に常温まで下げ、ルツボを取出して結晶を得る。

結晶原料は予め焼結したものをルツボ中に保持させてもよいが、粉末状物を網目状ヒーターの上昇すなわち結晶育成に見合う分だけ、上部に設けられた結晶原料導入管 θ を通してルツボ δ 中に供給してもよい。

本発明の結晶育成装置は、電気炉で均熱帯に保持され、網目状ヒーターでヒーター近傍のみを溶融し、この溶融部を移動させて結晶原料の溶融、析出を行うため、結晶組成の均質のものが容易に得られ、温度勾配が小さいため熱歪が少なく、良

(6)

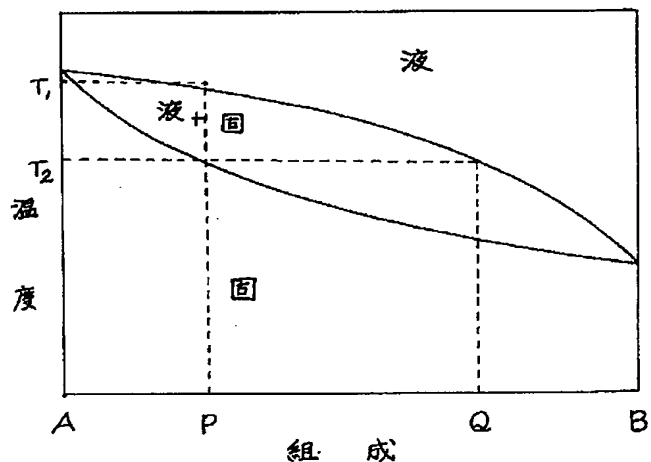
質な大きな単結晶が効率よく育成し得られる優れた効果を有する。

4 図面の簡単な説明

第1図はA-B二成分系における固溶体からの結晶析出の組成と温度との関係図、第2図は本発明の結晶育成装置の縦断面図である。

- 1 : 電気炉、
- 2 : 炉のヒーター、
- 3 : 炉心管、
- 4 : ルツボ、
- 5 : 補助ヒーター、
- 6 : 網目状ヒーター、
- 7 : 網目状ヒーターのリード線、
- 8 : 結晶原料導入管。

第 1 図



特 許 出 願 人 科学技術庁無機材質研究所長

(7)

第 2 図

